# ⑫ 日本国特許庁(JP)

## ① 特許出願公開

# @公開特許公報(A)

昭60-208480

Mint Cl.4

識別記号

庁内整理番号

母公開 昭和60年(1985)10月21日

C 23 C 22/74 B 32 B 15/08 6793-4K 2121-4F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

**公発明の名称** 表面処理めつき鋼板

②特 顧 昭59-60958

②出 願 昭59(1984)3月30日

砂発 明 者 塩 田 俊 明 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社中

央技術研究所内

砂発 明 者 若 野 茂 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社中

央技術研究所内

央技術研究所内

砂発 明 者 能 見 亮 一 大阪市東区北浜5丁目15番地 住友金属工業株式会社内

①出 顋 人 住友金属工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

⑪出 関 人 日産自動車株式会社 横浜市神奈川区宝町2番地 ⑩代 理 人 弁理士 広瀬 章一

最終頁に続く

#### 明 相 書

1. 発明の名称

表面処理めっき領板

# 2. 特許請求の範囲

- (1) めっき間板の表面に、有機官能基を持ったアルキル基を有するジもしくはトリアルコキシシランのモノマーまたはオリゴマーの1種または2種以上を含む溶液を塗布したのち、焼付することにより形成した、シロキサン結合を骨格とする硬化皮膜を有することを特徴とする表面処理めっき調板。
- (2) 焼付を150~350℃の範囲内の温度で行った特許請求の範囲第1項記載の表面処理めっき損扱。
- (3) 硬化皮膜の付着量が 0.1g/ ポ以上である特許請求の範囲第1項記載の表面処理めっき間板。
- (4) 硬化皮膜の付着量が 0.1g/可以上 5.0g/可以下であって、硬化皮膜を塗装下地層としたことを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載の表面処理めっき調板。
- 3. 発明の詳細な説明

(充明の目的)

本発明は、めっき間板の無公害型表面処理、特に

自動車用などの電着塗装に適した表面処理に関する。

従来、めっき級板に耐食性と感気下地性を試与する個板に耐食性と感気下地性を試行われてクロム酸処理やリンの原理が一般処理に関係がある。とは強力を関する。また、リン酸塩処理ではするのでは、また、リン酸塩処理ではない。現代では、耐食性を高めるのが各通であり、耐食性を高めるのが出過であり、耐食性を高い、上述のように、生成皮膜は多れてあり、耐食性がであるとは含えない。

めっき鋼板などの金属の表面処理法として、特公 昭54~34406 号、特別昭54~77635 号、同55~6297 1 号、同57~105344号などに、コロイド状シリカ ( シリカブル)と水溶性または水分散性有機相脂とを シラン化合物の存在下で複合化させて得た有機複合 シリケート樹脂を被優し、樹脂を硬化させることに より表面処理を行うことが提案されているが、この 処理方法でも十分構足すべき耐食性が得られるとは 含えない。 Rank(R) R 1 OF 1 Database WPIL Mode Page

XRAM Acc No: C85-130105 XRPX Acc No: N85-223618

Surface treating plated steel plates to increase corrosion resistance by applying soln. contg. di- or tri-alkoxy silane and baking; SILOXANE Index Terms: SURFACE TREAT PLATE STEEL PLATE INCREASE CORROSION RESISTANCE; APPLY SOLUTION CONTAIN DI TRI ALKOXY SILANE BAKE

Patent Assignee: (SUMQ ) SUMITOMO METAL IND KK; (NSMO ) NISSAN MOTOR KK

Number of Patents: 001

Patent Family:

CC Number Kind Date Week

JP 60208480 A 851021 8548 (Basic)

Priority Data (CC No Date): JP 8460958 (840330)

Abstract (Basic): JP 60208480

Method involves coating plated steel with soln. contg. at least one type of Di- or tri-alkoxysilane monomer or oligomer possessing an alkyl gp. with organic functional gps. and then baking at 250-350 deg. C. Application of the hardened coating is not less than 0.1 g/sq.m. and no more than 5.0 g/sq.m.

USE/ADVANTAGE - Process is non-polluting and is esp. applicable to

electrodeposition coating of automobile bodies.

In an example, a 0.8 mm thick Zn-electroplated steel plate was coated with gamma-glycydoxypropyl trimethoxysilane by immersion and baked at 300 deg. C for 15 min. 3.0 g/sq.m. silane cpd. adhered to the surface. No white rust generated after brine water spraying for 100 hrs. Good electrodeposition, excellent adhesion and corrosion resistance were obtd. @(7pp Dwg.No.0/0)@

File Segment: CPI

Derwent Class: A32; M13; P73;

Int Pat Class: B32B-015/08; C23C-022/74

Manual Codes (CPI/A-N): AC6-A00E1; A11-B05C; A12-B04C; A12-T; M13-H05; M14-K

Plasdoc Key Serials: 0202 0229 0231 1282 1306 1636 1971 2152 2420 2432 2439 3252 2728 3300 2829

Polymer Fragment Codes (AM):

\*101\* 014 03- 04- 05- 157 226 229 23- 336 344 346 37- 38- 42& 431 438

47& 477 54& 55- 57& 597 600 672 720

\*102\* 014 03- 04- 05- 157 226 229 23- 336 344 346 37- 38- 42& 431 438

47& 477 54& 55- 57& 597 600 672 720

(C) 1997 DERWENT INFO LTD ALL RTS. RESERV.



本発明の目的は、製造時にクロム酸処理のような 公審問題が無く、耐食性のある。 動処理めっき調板 を提供することにある。

## (発明の構成)

本発明は、めっき領板の表面に、有機官能基を持ったアルキル基を有するジもしくはトリアルコキシシランモノマーまたはオリゴマーの1種または2種以上を含む溶液を強布したのち、進付することにより形成した、シロキサン結合を骨格とする硬化皮膜を有することを特徴とする表面処理めっき領板を提供するものである。

めっき調板としては、亜鉛めっき調板、あるいは 亜鉛一鉄、亜鉛ーニッケル、亜鉛ーアルミニウムな との亜鉛合金めっき調板、さらにはアルミニウムめ っき調板、あるいはこれらのめっきを多層にした複 合めっき調板などが挙げられる。

本発明で用いる、有機官能基を持ったアルキル基 を有するジもしくはトリアルコキシシラン (以下、 これらをシラン化合物と言う) のモノマーまたはオ リゴマーの構造は次式で収される:  $R_{i} \circ - S_{i} = 0$   $R_{i} \circ - S_{i} = 0$   $R_{i} \circ - S_{i} = 0$ 

#### 上記式中、

R:メチル、エチル、プロピル、ブチルなどの アルキル基:

R 2: アルキル基またはアリール基(ジアルコキ シシランの場合)、あるいは アルコキシ基、すなわちOR: (トリアル コキシシランの場合):

R」: 有機官能基を有するアルキル基(有機官能 基の側は、ピニル、アミノ、クロロ、エポ キシ、ヒドロキシル、カルボキシル、メク・ クリロキシなど);

n: 0 (モノマーの場合)、あるいは 1以上、通常は 6 以下の整数 (オリゴマーの場合)

このようなシラン化合物を例示すれば、ビニルト リエトキシシラン、ァーメタクリロキシプロピルト リメトキシシラン、ァーアミノプロピルトリエトキ シラン、ァーグリシドキシプロピルトリメトキシシ

ラン、βー (3.4 ーエポキシンクロヘキシル) エチルトリメトキンシラン、Nーβー (アミノエチル) ー r ー アミノプロピルトリメトキシンラン、 r ー クロロプロピルトリメトキシンランなどのいわゆるシランカップリング剤が挙げられ、これらは市販品を人手できる。また、これらのシラン化合物と有機相 脂との反応物も含まれる。

シランカップリング例は、有機ポリマーと無機材料(例、金属、ガラスなど)との結合性を高める目的で一般に使用されている間知の材料であって、たとえば繊維強化ポリマーの製造にあっては、強化用級とポリマーマトリックスとの付着性を高めるために戦権をこのようなカップリング例で予め表面処理することが多い。その際、通常は冷燥を除去するために、シランカップリング例を焼付温度に加熱して硬化させた皮膜が金属に対して耐食性皮膜として使用することはこれまで知られていなかった。

また、前述した特公昭54-34406 号などに記載の 有機複合シリケート樹脂による表面処理においても、 上記のようなシラン化合物、すなわちシランカップ リング剤が1成分として使用されている。しかし、 この複合相解における皮膜形成は主として有機相能 (例、アクリル、エポキシ相脂など)により行われ、 シラン化合物の機能は、主成分であるシリカと有機 相脂との複合化に対する触媒ならびにこの両成分間 の架構剤および金属素地と複合皮膜との架構剤とし て作用することであり、そのため使用量もシリカと 相脂の合計量に対して 0.5~15%程度と少量である。 したがって、かかる公知技術から、シラン化合物を 単独でめっき網板の表面処理に使用しても有効であるということは予期されない。

本発明者らは、上記のシラン化合物単独の溶液をめっき鋼板に強布し、強限を焼付けて硬化させると、予想外にも、耐食性が良好で、所定の厚さの硬化被限とするとさらに強装下地性、特に覆着強限との密 着性が振めて良好な表面処理鋼板が得られるとの知 見を得た。

この焼付により、シラン化合物のアルコキシ塔が 熱分解して、OとSIが交互に結合したシロキサン結合が形成され、シロキサン結合を骨格とする硬化皮 膜が得られる。この焼付すなわち硬化が不十分であると、所期の耐食性が得られないので、十分な硬化、 すなわちアルコキシ基のほぼ完全な熱分解を行うこ とが必要である。シラン化合物の種類によっても異なるが、このために、 進度で通常 150~350 での温度に加熱する必要である。ただし、温度が高す ぎると、皮膜に残存させなければならない有機官総 基を持ったアルキル基が分解してしまう恐れがある ので、400 で以上の高温は一般に避けるべきである。 加熱時間は、温度に当然依存するが、一般には30秒 ~60分程度である。

本発明の目的にとって、有機官能基を有するアルキル場は、皮膜に耐食性を与えるだけでなく、強装 E地として強膜との密着性を与えるものとしても重 要である。自動車車体の強装は、通常網板を所定形状にプレス成形などにより加工した後、電着強装することにより実施されるが、本発男にかかる表面処理めっき網板は、この官能基の存在のために電着強張 耐の加工時にも、このようなアルキル基が皮膜に可 慢性を与えるので、皮膜の倒離が起こりにくく、良好な加工性が得られる。

さらにこの皮膜の性能を向上させるために、必要 に応じて、防精剤、潤清剤、無機質充填材 (例、コ ロイダルシリカ、二酸化チタンなど) 、有機樹脂 (

ある。また、本発明の表面処理鋼板の強限は、特に 硬化収収が所定の段序のとき電着建設との密着性が よいので、強装下地、特に電着建設の下地として好 適であり、それにより耐食性と密着性のいずれの面 でもすぐれた電着強限が得られる。さらに、表面処 理鋼板は加工を受けて使用されることが多いが、加 工を受けてもなお十分な性能を発揮する。さらに製 造時に有害な物質が排出されることもなく無公害で ある。

以下の実施例により、本発明の上記の効果を実征する。

#### 実施例

0.8 mm厚さの電気亜鉛めっき調板と亜鉛ーニッケル合金めっき調板(いずれもめっき付着量は20g/ボ)の表面に、第1表に示す各種シラン化合物のキシレン溶液を表示の皮膜付着量になるように浸透法により強布し、第1妻に示す各種条件で焼付けた。なお水溶液中のシラン化合物の濃度は、付着量 0.3g/ボの場合が 1.5重量%、付着量1.0g/ボの場合が5重量%、付着型7.0g/ボの場合が35重量%であった。得られた表面処理網板をそのまま、および加工してから、

めっき間板の強布法には特に制限はなく、浸漬、ロールコート、スプレー強装などの慣用のいかなる方法も可能である。強膜の付着量は、十分な耐食性を得るには 0.1 g / 可以上、特に 1.0 g / 可以上とするのが好ましいが、概者強装用の下地処理を楽ねる場合には、付着量が多すぎると電着強装が困難となるので、5.0 g / 可以下とする必要がある。強強なるので、5.0 g / 可以下とする必要がある。強強なるので、5.0 g / 可以下とする必要がある。強強なるのでは、付着量に応じて予して、1~50 健康するが、通常はシラン化合物の機度として1~50 健量%程度である。溶媒は、使用するシラン化合物の溶解性に応じて水および有极溶剤から適宜選択する。

## (発明の効果)

本発明にかかる表面処理鋼板は、そのままで良好な耐食性を示すので、一般の防食鋼板として有用で

塩水噴霧試験に供した。その結果を第1表に示す。 さらに上で得た表面処理関板に 下記に示す自動

車用の電着空装を施した。得られた弦板につき、空 膜出着性と耐食性の試験を実施した。その結果も第 1 遠に併せて示す。

自動車用鑑装は、まずアルカリ脱脂し、脱イオン水で水洗後、110 でで5分間乾燥し、パリートップU50(商品名、日本ペイント株式会社製)をカチオン電着鑑装により模厚20μmに強布し、次いで中態 塗料として552Eシーラー(商品名、日本ペイント株式会社製)を模厚20μmに塗布して、140 でで30分間焼付け、最後に上鑑鑑料としてオルガG-26(商品名、日本ペイント株式会社製)を模厚40μmに電布して、140 でで30分間焼付けた。

第1表の結果からわかるように、有機官能基を持ったアルキル基を有していないエチルシリケート(すなわち、テトラエトキシシラン)で表面処理した場合(比較例3)には、裸耐食性と強装の密着性および耐食性のすべての点で性能が劣る。また、リン酸亜鉛処理(比較例4)では、強装の密着性および耐食性はある程度よいものの、裸耐食性が極度に駆射食性する。これに対して、本発明による表面処理を能

!	4, -, 3	151	<b>姚付·鞭化</b>		() 77 12	推断条件的 (0)		मद्र त	建装带有用的		4 %
	114 Dž	化台纳	温度 [7]	野間 (分)	(g / m²)	r ២៦ ១៣	30 T. 88	电装性	3:	, ex	的良性证
実施例 1	7040 1 3	۸	300	1.5	1.0	1 0	2 0	iij	भाभा स	भाषा एक	UE.
- 2			250	•	-	10	2 0	υJ	-	- 1	经
- 3		-	200	•	•	2 0	3 0	ij	-	- 1	<b>(</b> ₽
比較例(	-	-	100	•	-	8 0	100	iJ	71 221	74 £U	<b>3</b> ;
- 2	-	-	400	•	-	100	100	id		-	H
尖轮侧 4	-	-	250	•	0.3	20	3 G	ij	अध्यक्त	Ni Sile i	摄
* 5		-	-	•	3.0	0	0	ij			镬
·· f,	-	• .	~	-	7.0	0	0	不可			
- 7	E, deile ad	•	~	•	1.0	0	0	äj	3124 4 4	អាងប្រ	12
- 8	/n ¥1 , A	13	-	•	-	10	3 0	ig	-	-	i <b>e</b>
- 7		1:	-	•	-	20	3.0	可	-	-	<b>!!</b>
民報 例 3		9	,			7.0	100	úJ	-	98 74 88	9;
~ 4			リン放車指針	3.89		100	100	nj		.	Ä

#### ナンテン化合物。

A:コークリントキングロビルトリストホンジラン --

じょき (3.4) エポキンングロヘキシル) エチルトリメトキシシラン

B: 1 アップスイブロビルトリエトキシンプンモリゴマー - D:エチルンリケート

### 机缺法

(1)探耐食性:塩水原丙法験100時間での自発発生面積の割合(等)、加工部はエリクセンで無提出し;

(2)学装出着性:コハン目試験(ゼロハンテープによる実際)、一次は生装造そのまま、二次は10℃の過水に210時間浸漬後:

(8) 生臭耐な性:グロスケットを入れた50日間の乾湿性り返し状態。

第13 砂発				垣	忠	彦		日産自動車株式会社テクニカル
砂発	明	者	石	井	公	规	センター内 厚木市岡津古久560~2 センター内	日産自動車株式会社テクニカル
砂発	明	者	大	野	雅	史	マンケード3 厚木市岡津古久560-2 センター内	日産自動車株式会社テクニカル
仓尧	明	者	坂	内	恒	雄	<b>厚木市岡津古久560−2</b> センター内	日産自動車株式会社テクニカル

手統細正舊

昭和60年 6月28日

特許庁長官 志 質 学 資

適

昭和59年特許馴第60958号

2. 発明の名称

1.事件の表示

表面処理めっき無仮

3. 相正をする者

事件との関係 特許出職人

住所 大阪市東区北浜 5 丁目15番地

名称 (211) 住友金属工業株式会社 (ほか1名)

4.代 理 人

住所 〒101 東京都千代田区内神田 2 丁目 9 書 14号 赤本ビル 電話 (03) 254-7767

氏名 (8135) 弁理上 広 雑 章

- 403

5. 利止の対象

明祖書の特許請求の範囲の襲および 発明の詳細な説明の関

60, 6, 29 lim: 1 6 補正の内容

(1) 特許請求の範囲を下記のように訂正する。

「(1) めっき鋼板の表面に、有機官能基を持った アルキル基を有するジもしくはトリアルコキシシ ランのモノマーまたはオリゴマーの1種もしくは 2種以上を含む溶液を塗布したのち、焼付するこ とにより形成した、シロキサン結合を骨格とする 硬化皮膜を有することを特徴とする表面処理めっ

- (2) 焼付を150~350℃の範囲内の温度で 打った特許請求の範囲第1項記載の表面処理めっ き製板。
- (3) 観化皮膜の<u>関軍が1,000 ~ 50,000人</u>である 特許請求の範囲第1項記載の表面処理めっき飼仮。
- (4) 硬化皮膜の付着量が 0.1s/ポ以上 5.0s/ポ 以下であって、硬化皮膜を塗装下地層としたこと を特徴とする特許請求の範囲第 1 項または第 2 項 記載の表面処理めっき鋼板。
- (5) 自動車用エンジン部品または自動車用加気 系部品の製造用の特許績求の範囲第1項~第3項 のいずれかに記載の表面処理めっき関係。よ

- (?) 明知書第2頁1行目に「達した」とあるのを、「適すると同時に自動車用」ン部品および俳 気系部品等の耐高温腐食性が要求される製品の製 造にも適した製板の」と訂正する。
- (3) 阿第2頁13行目と14行目との間に、下紀を加入する。

すまた、従来の耐高温度食性かっき調板としては、たとえば(I)アルミニウムめっき調板または(I) を発力のようなは、が理を推りない。このようなは、いずれものであるが、このようなは来の耐高温度食性がっき類板にあっては、いずれものであるアルミニウムまたは亜鉛がめっきない。このようなの自体があった。」という問題点があった。」

(4) 阿第2頁下から2行目に「耐食性」とあるのを、「耐食性、特に耐高温腐食性」と訂正する。

本発明による表面処理鋼板は、常温および高温のいずれでも耐食性が優れている上に、 薄い酸であるために、めっき金属の金属光沢があまり失われない。 従って、』

(10) 阿第9 頁 9 行目と10行目との間に、下記を加入する。

「また、特に高温での耐食性に優れていることから、本発明のめっき到板は、自動車用エンジン部品、自動車用排気系部品、例えばエキゾーストチューブ、マフラー、ディフューザーおよび石油ストーブ部品、例えばパーナ部、反射線、その他環房器具部品および各種燃料器材料等の高温環境下で使用される製品の製造にも広範囲の用途を有するものである。

このように、本党明によりめっき鋼板の表面に シロキサン結合を骨格とする皮膜を形成させたこ とにより、従来のアルミニウムめっき鋼板やクロ メート処理亜鉛めっき鋼板に見られた白錆の発生 が防止できるという効果が得られる。』

(11)同第9頁12行目に「実権例」とあるのを、

- (5) 同第3月2行目に「配合性のある」とあるのを、「耐高温璃食性にも 耐食性」と訂正する。
- (6) 同処7頁最下行の「など)、」の後に、「餌料、」を加入する。
- (7) 同第8頁9行目の「塗装」の後に、「、ハケ 塗り」を加入する。
- (8) 同第8頁10行目に「強膜の付着量は」とあるのを、「形成される皮膜は1000~50,000人の厚さが望ましく、強膜の付着量としては」と訂正する。
  (9) 同第8頁下から2行目の「表面処理関板は、」の後に、下記を加入する。

「祖密なシロキサン結合の皮膜が形成されているため、金属の腐食を起こす酸素、水、塩素イオン等の金属表面への接触が防止され、同時に腐食電波が極めて小さくなるので、事実上腐食は生じない。また、有機質塗膜のように径年変化しないので、最初の防食機能が半永久的に保たれる上に、数100 での温度でも殆ど変質せず、急激な温度変化があっても割れなどの現象がない。このように、

「実施例1~9および比較例1~4」と訂正する。 (12) 同第9 具下から5 行目に「水溶液」とあるの を、「溶液」と訂正する。

(13) 同第11頁の最下行の次に下記を加入する。

#### 「実施例10~18および比較例5~7

1mm厚さ×70mm 観×150mm 長さのアルミニウムめっき鋼板(めっき付着量30g/㎡(膜厚片面11μ)および60g/㎡(膜厚片面22μ))および溶融亜鉛めっき鋼板(めっき付着量60g/㎡(膜厚片面8μ))の表面に、実施例1~9で使用したA、BおよびCの名種シラン化合物を、その10%イソプロピルアルコール溶液中へのめっき鋼板の浸漬により壊布し、300 でのオーブン中で5分間焼付けて皮膜を硬化させた。皮膜付着量がいずれも2.0g/㎡になるように、浸漬後の引き上げ速度を調節した。比較例として、アルミニウムめっき鋼板については皮面処理を行わない鋼板(比較例5および6)、溶融亜鉛めっき鋼板についてはクロメート処理類板(比較例7)を使用した。

こうして得られた各種飼板を塩水噴霧試験、獲

合際女は親、耐熱腐女は親および熱術な腐女は親 により評価 その結果を第2次に示す。

第2度の結果からわかるように、アルミニウム めっき個板については、比較例5 および6 (未処理)において熱街撃腐食試験で見られる白精の発生(各々60%および45%)が、本党明による表面 処理を能した実施例10~15ではほぼ完全に抑制されている。また、複合腐食試験および耐熱腐食試験の結果も本発明の表面処理鋼板では良好である。

――また、一溶肚亜鉛めっき類板については、上紋例

7 (クロメート処理) で見られた塩水噴霧試験および複合腐食試験での赤錆発生が本見明の裏面処理によりほぼ完全に抑えられ、しかも高温での耐熱腐食試験および熱衝撃腐食試験で認められる自 請発生も著しく抑制された。

(14) 明細書の最後尾に次頁の第2 波を加入する。

ルエ

#### 明 2 表

	めっき鋼板	めっき付着 量(g/㎡)	表面处理	塩水噴芹 (光)	(4)	沒合與 (另)	女以 <b>块</b> (5)	耐热离: (%)	(6)	热防健制 键(%)	
11.12日5	Albob	30 (11 4)	未処理		-	赤额	50	-	<del>-</del>	自耕	60
<b>実施</b> 例10	•	•	- A	白納	25	白料	20	白柄	0	•	0
- 11	•	•	В	•	30	•	30	-	0	~	0
- 12	•	•	С	:		-	30	-	1	•	0
比較的 6	•	60 (22 # )	未处理		_	白料	100	_	_	白鍋	40
大路例13	•	-	A	白 間	10	-	20	自納	3	•	1
- 14			B - 40		-	30	•	1	•	0	
- 15	•	•	С	- 10		- 20		<b>"</b> 5		-	3
11.02.017	存品とのかっき	60 (8 #)	クロメー ト処理	<i>n</i> H	90	# N	100	白納	100	白料	100
实施例16		•	٨	かり組合を発	100	亦 料 白 駅	100	•	20	-	20
- 17	•	•	В	亦 納 白 胡	0 95	办 취 염 취	100	-	0	•	0
- 18	-	•	С	A 14	10	A 14	10	-	30	<i>-</i>	20

### **以野庄**

- (4) 塩水吸降試験:JIS 22371 にほぼした方法により480 時間試験後の制発生調視の割合 (34);
- (5) 技育両会試験:(塩水吸降4時間→乾燥(60℃) 2 時間→凝制(50℃×95%相対温度) 4時間)をしサイクルとして100 サイクル後の観発生面限の割合(%):
- (6) 射熱腐食試験:300 でにて100 時間加熱後、常温で空声し、その後144 時間の塩水境精試験後の納発生面積 の割合(54):
- (7) 時間祭業食試験:300 でにて100 時間加熱後、常温水中で急冷し、その後144 時間の塩水暖器試験後の納発 - 住面積の割合 (94)。